更长具体的长数

フラールの製法:
) - 2 - (3.
ヒドラジン 1.0
し、150では
カリウム 1.0 F
最った後、反応
一夜放置する。
メタノールより
Q.4 F(収率70
110で

Best Available Copy



特 許 顧(H)(特許法第38条ただし参 (の規定による特許出版) およいラ なし。

昭和47年3月10日

等許庁長官 井 土 武 久 園

1.発明の名称 かい。 新規ジフェニルフラン誘導体の製造: 2.特許請求の範囲に配級された発明の数

3.発 明 者 存許出願人と同じ

4.特許出願人

住所 名古屋市昭和区島田一つ山1-58

5. 抵附書類

(1) 朔 細 書

11 <u>38</u>

(2) 顧 書 副 本

1.75



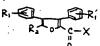
明細書

47 024866

1. 発明の名称

新規プフェニルフラン誘導体の製造法.

- 2. 特許請求《範围
 - 1) 一般式



(式中、Riかいない同一共に異なり - 水素原子、低級アルテル基・映ら低級アルコキ >基を、Raには水素原子 みに 二十日基を、 ×にハロケン原子 みに 低級アルコキシ基 と意味可。)

で表めてれるシフェニルフランカレオン酸誘導体

i=, 一般式' R3-NHL.

【文中、R3は水景系,アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、子香族異項環塞、アシルアミノ基、アリールスルホールアミノ基、アリールスミノ基、アジー基、アジー基、アジールアミノ基、アジースを

19 日本国特許庁

公開特許公報

①特開昭 48-91061

④公開日 昭48.(1973) 1127

②特願昭 47-24866

②出願日 昭47(1972)3.10

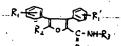
審查請求 未請求

(全13頁)

庁内整理番号! **30日本分類** 6563 44 16 E311 7306 44 16 E431 6762 44 16 E351 6762 44 16 E35Z 7138 44 16 E461 6224 44 30 BI 1224 44 30 CO

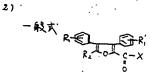
> 式ーNHC-NH-R(Yはイオウまたの酸素素子、 RIT アルモル基またはアリール基主意呼ずる) で表めている基、または、式ーN=C(Rt (Rt.Rs は同一または異なり、フリール基、アルモル基 託の 水素素子を意味する。たべて、スセスには共生 水素素子ではない。)で、最かされる基を意味 する。]

で表めてれるアミン誘導体を反応でしめることを特徴とする一般式



【文中、Ri、Ri、RaかりでRiに前ろと同じっと を意味する。】

で表わされるシフェニルフラン該等作の異遺法





日本書名が立ては、古ので、日本で、日本の

(式中、R、かれいR、17日-18に置例水素を子、低級アルキル基 または低級アルコキ>基を、Rata水素系3 または二十四基を、Xは八口かン原子、3たは低級アルコキ>基を意味する。)で表わされるシフェニルフランカルがン酸 誘導体に、ヒトラジン を反応させ、

一般大

 $R_3' - X'$

[文中、R, R' R2 17前掲を同じるのを意味する。] で表わされるとドラシン誘導作となし、:れた一般

(式中、R3 17 アシル基 スト17 アリールスルホニ ル基を、3た X'17 ハロゲン奈るを意味する。) で表わされるハロゲン化物を反んさせることを持 数とする

- 般式

意味する。] で表わされるとがラジン誘導体となし、これに 一般式 O=C<R4

(文中、R4 かかRs 13 同一3人に異なり、水系系子、低級アルデル基、私は3 フリル基を忘れる。 ただし、R4、Rs 13 デに水系を引でない。) で表わされるアルアビド おは5 ケトン誘導作を反応 でせることを特徴とする。

3 登明《詳細/説明

〔式中, R, R, R, R2 かりひRg は前掲を同じか も意味する。〕

て"麦わされるシフェニルフラン誘導作の製造法。

一般式

【式中、R.かんR.13同一記の要別、水素乳 低級アルテル基、低級アルコキシ基を、Raid 水素原子 または = トロ基を、X は ハロケン原子 またの低級アルコキシ基を意味する。】 で表わてれるジフェニルフランカルボン酸誘導体に ヒドラジンを反応させて

一般文

(式中、R、R'かなRzは前掲を同じものと

(式中、R, おおびR, は同一払り要別、水素 至子、低級アルキル基、低級アルコキン基を、 R2 は水素原子 またのニトロ基を、メはハロ アン原子 またり低級アルコキン基を、意味す 3・)

で表わされるジフェニルフランカルホン酸誘導作と一般大

R3-NH2 (女中 R3 13 水東京ラアルギル基, アリール基, アリール基, アリールアミノ基, アリールアミノ基, アリールスル ボールアミノ基, アリールアミノ基, アリールアミノ基, ズーNHC-NH-R (Y13 イブラ 1615 酸素を子、 R1ラアルギル基 3 たは アリール基を含する3) であわまれる基、3 たは 大 - N= C < R5 (R4, R5 17 同一 3 たは 要/シリ、フリール基、アレ

キル巻 3たり 水素系子を高呼する。たかし、 R4、R5 ロボに 水素系子でログい。)で表め される巻を高呼する。〕

で表わされるアシス誘導が正反応せしめよことを特徴とする

一般文:

$$R_1 = \mathbb{R}_1$$
 $R_2 = \mathbb{R}_1$
 $\mathbb{R}_2 = \mathbb{R}_1$
 $\mathbb{R}_3 = \mathbb{R}_3$
 $\mathbb{R}_3 = \mathbb{R}_3$

[式中, R, R, R, R, おなR, は前揚に同じもかを意味する。]

で表わされるジフェニルフラン誘導体 を得. 一般 式[Ⅲ] にかける Ri が アシをである一般式

[式中、R.,Ri,かれたR.は前場と同じめ を意味する。] で表わされるとドラシン該等体である場合には、

. . .

同じものを意味する。] 訳は一般式

〔式中、R1、R1、R2、R2かはでRs は新掲と同じものを意味する。〕

で表わされる化合物を得ることを内容とする一般式 [四]、若しくは一般式 [四]、またり一般式 [四]が で表わされる新規 ニフェニルカルボン酸酵 導作の製造法に関するものである。

マらに詳細には、一般式[I]で表めてれる ジフエニルフランカルボン酸誘導体に適当な溶媒 中で、一般式[II]で表わせれるアミン誘導体を 反応でせればな、容易に目的とする一般式[II] で表わされる新規ジフェニルフラン誘導体を製 造することが出まる。

本反応に用いられる溶媒は原料物質 (!) からむ (II) の性状に応じて選択される これと 一般式

$$R_3' - X'$$
 [IV]

(式中 Rá はアシル巻 払けアリールスルホニル巻を、 私 X'は ハロケン奈子を売好引。)で表わされるハロケン化物を反応させるか、あるいは、一般式

$$o = C \begin{pmatrix} R_+ \\ R_- \end{pmatrix}$$
 (V)

【式中、R·からでRsは同一批は異かり、水黒膏3、アルドル基・転はつりル基を食いする。 たたし、R·Rsは共に水素量3でない。】

で表わされるアルテヒド またのから誘導作を 反応させ、

一般式

[式中、R1、R1、R2かれでR311前拐と

べきであるが、メタリール;エタノールの如きアルコール 類、ジオキサン;ジェチルエーテルの如き ユーテル類。 ベンセンン;トルエンの如き 著香蔟炭化水素、クロロ ホルム;ジクロロメタンの如きハロケノアルカン類、またけ ジメナルホルムアミド、シメタルスルスキャイド、ヒッジン ン 等かがるよい。

また、一般式[1]にかって Xがハロナン東きである場合には、反応の結果生成するハロケン化水素を反応系外に除く目的で塩基、例2はでいかンと等でル量用いるか、あかいは原料物質たる一般式[11]で表わているアミン誘導体 2倍モル量使用するのが一般的である。

本反応は室温でも容易に進行するか、反応時間を短縮にり、反応を完酷せ(の3次の用)に溶像の沸支まで温度を上げて実施することも去まる。

からに得かれ」一般式[II]で表かされるジフェニルフラン誘導作のR3かアシノ基である。一般式[III]で表わされるヒトラジン誘導体の場合に

over

-415-

19

₹3,

tz

οž

水東 三 E.

: //a 科

九年儿

圣.

卞

元。 "3.)

·L

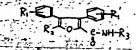
は、これと一般式 [IV] で表わされ3 ハロケン化
初を、ペンセン、トルエンの如き子香族炭化水素、
ジェイルエーテル、シオギサン、テトラヒドロフランのかのき
エーテル類、クロロホルム、ジクロルメタンの如きハロケノ
アルカン類、ヒリンン、ジメチルホルムアミド、ジメナルスル
ホキサイド号の非ファロトン性の食れ溶媒中で、ヒーリンンの如き脱ハロゲン化剤の存在下、室温ない
しは溶媒の滞重で反応させれば、一般式 [Ⅲ]で表わされるジフェニルフラン誘導体を得る。

び、一般式 [田] で表わてれるとドラシン誘導作 を 1911ル、エタノール、 ヘンセン・ トルミン、エーテル・シオキ すン、クロロボルムの如き 通学の 溶解中で、一般式 [V] で表わされるアルデェド 3元の ケトン誘導体と 室温 ないしは 溶解の 渇気で反応なれば、一般式 [田] で表わせれるシフェニルフラン誘導体を得る。 なが、一般式 [V] で表わされるアルデェド 3元の ケトン それ自身を 溶解として奈用できるのは当 なである。

本発明方法 主实施制 的时间的心化会

3.4-271=1U-5-=1口-2-7口(U2D=1)-1.0f(0.0032U)の耐燥工-7心溶液 30见片搅拌了,n-7°口ピールアシン0.35g(0.0062U)是满肌可3。室温小乙4時间搅拌下止反应攸,折点引品品之产取1、水泛发 1月一心引车路晶可以12,mp. 158~160°C,淡黄色7-92-4晶の目的物 0.78g, か得られる。

同様にに次の化合物を得られる。



R: Ri Ri Ri Mp(C) 結晶形 H* HE NO. CH5 170~172 设置已接近 H* H* NO. CH5 170~172 设置已接近 H* H* NO. CH1 157~161 设置包存位 H* H* NO. CH1 164~166 设置包存位 新聞昭48-51061(4) 合物口新現化合物で制,杭茵,杭奈虫作用と 有し,医素 あかいな動物薬とに有用である。

次に実施例を挙げて,本発明を更に 具体的に説明する。

実施例 1. 3.4-ジフェニル-5-=トロ-2-フランカルボキシアといの製法。

3.4-ジフェニル-5-ニトロ-2-フロイルクロライド 1.0g. (0.003モル) を乾燥エーテル 30ml に溶解し、氷冷下:れに乾燥アンニニアかスを5分同等入する。溶媒を留去し、残留初を冷水で洗浄後ュクリール引み結晶すれが、m.p. 237~239℃、淡黄色釘状晶の目的切 0.60g ~ 得っれる。

同様にして、無色釘状晶の3,4-ジフェニ ルー2・フランカルボキシア(ド (m.p. 153~155c) か得られる

実施例 2. 3,4-ジフュニルー5-ニトロ・N-n-ファロビニルー2-フランカルボキンアミドの製法。

実施例 3. 3.4-ジフエニレー5-ニトローN-(4-*メチルーフエニル)-2-フランカルボキンアミトの製法。

3.4-37エニルー5-ニトロー2-7ロイルクロライト 1.0g. (0.003 セル)の軒牌エーアル溶液 30人に 撹拌下 4-メチルアニリン 0.45g. (0.003 モル)のエーアル溶造と こり シン 数滴を加え 空温にて 5時间及応ごせる。 反応後 祈太した 舒晶を ジ取,水洗後 エタリールとシスチサンの混合溶媒から再舒晶 すれば、 m.p. 223~225°C、黄色針次晶の目的物で 89g か得られる。

一同様には一次の化を扱い付きれる。

 $R_1 = 0$ $R_1 = 0$ $R_1 = 0$ $R_2 = 0$ $R_3 = 0$

61 (4) 作用生

B3.

.更に

2-フラン

51° 1.0g. 育L,秋, 普入打。

尹牧 工

239℃。

・ジフェニ

53~155°C)

·N-ガフ· 製法。

-(4-14m

! 注.

ド 1.0g. 理研で

アル溶造

円反応

(水洗) 再話品。

の目的

47.

·					
_ R,	Rí	R.	٤,	m.p. (°C)	活品形
н	н	NO2	\O	218-219	录色分式"
н	н	N 02	→NO	(31~183 <i>(字</i> 再子)	黄色介で
н	н	NOi	-Qu	248-250	黄色針状
Н	н	N O2	-Ф-соон	265~257	黄色針状。
н	н	NO2	OCH,	246~248	黄色7.92%
н	H	NOz	-Ö−u	182~184	黄きプリスム
н	н	N 02	-Ø-oGH	218-219	面包钉杖
н	H	NO2	-57	205~207	黄色針杖"
. н	н .	NOT	- □	217~219	黄色釘状。
r	н	NOT.	72	223~224	ずさなな.
н	н	NOz	T.CO	240~242	黄色钉在
н	н	NO ₂	\$	220-222	黄色钉杖,
T	н	н	- C. S.	209~211	意色釘状"
н	н	Н	- Tooy	160	是它釘状"
			och,		

実施例 4. 1-(3.4-571=ルー5-キロー2-フロダル)-2-フロダル ヒトラシン の製法。

			NHCO-OU	200~202	沒重色创办、
				238~240	深黄色针状
н	н	NO.	NH CO-PY NO.	148~250	泛黄色矿妆

実施例 5. 3.4-ジフェニル-2-フロル酸ヒドラガド の製法。

3.4-571=1レ-2-7ロ仏酸14ル1ステレ15g.
(0.05元) と80万ドラジンとドラート 20元とと エタトル2001に加之、1時内置流させ、反応後有な引品品を汗取しエタトル54再結晶す 以下、m.p. 190~191°C、無色プタズムの目的初11.8g. ~得られる。

同様には次の化合物を得られる

特別 昭48--91061(5)

3,4-ジフェニル-5-ニトロ-2-フロ(ルクロラジ) 1.0g. (0.003元ル)の乾燥エーテル溶液30人に冷却 地挿下、フロル酸ヒドラジラ) 0.38g. (0.003元ル)のヒッジン溶液5尺を流下し、空温で8時間逆 祥し反応させる。 析な結晶をデ取し水淡後メタノール列再結晶すれば、m.p.178~180℃、黄色技術品の目的初0.9g. ひ得られる。

同様には次の化合物を得られる。

R,	Rí	R2	R۶	m.p.(°C)	最品形
H	н	н	NH CO TO	185~186	ききつりなる
н	Н	H	NH CO TOTAL	108~109	急を分れ
H	н	N02	NH CO CH3	204~205	没黄色豺牧"
H	H	NO2	NH CO TOTAL	163~164 (公開)	淡黄色针状'
H	н.	NOs	NHCO TO L BY	120-12	淡曼的 如
H	н	NO2	. NH CO €	(63~165 (63	泛黄色針女

 R_a 17 30 T) m.p.(°C) 黄色介仏' н 168~170 MO2 જમ, 無色なな 154-160 NH SQ-(1)-44 175~176 急色プラスム NH-Ø 動物物 207-209 NHCZNH 213(分解) 無色釘次 NHCSNHCH 225 (分育) 無色釘衣 NHESNHGH 228 (5解) 危色到水 NHC2NHQ 219(解) 包包針状' NHCSNH-O-C 205(M) 告色针收:

実施例 6。 1-(3.4-57エコレ-2-7円(ル)-2-7戸 (ルビリランク)製法。

3.4-シフエニル-2-フロル酸ヒドランティファ.(0.01をル)と2-フロル酸コロライド 1.3g.(5.01をル)を野婦マンセン10心中に加え、れにピリシンの8g.を満てし、30分同選続させる。及な後済録を留まし、残留初を水沈後エタトル川再結晶すれば、mp. 185~186℃、無色フックスムの

目的物 3.0g. 加得的机工。

同様には次の公合物が得られる。

	R,		R ₃ ′	m.p. (°C)	र्ताक्षेत्रः
			- co forten	108-109	法包含状
			- co cH3	204~205	没责色针状"
Н	Н		-co [o]	178~180	黄色荘牧
<u>H</u>	Н	н	- 502-CH3	175~176	無色フリスな

実施例 7. 1-(3.4-ジフェニル・5-ニFロ・2-フロル)-2-(5-メチル・2-フロイル)とドラジンの裏法。

3.4-372=ルー5-=トロー2-7ロ1ン酸とドランパ 2.7g(0.0|モル)と 5-14ルー2-7ロ1ン酸 2031ド 1.4g.(0.0|モル)と 5棟ェーテル 20 点に 加え これに 乾燥とリシン 0.8g. と 滴下して 室温 トロ 4 時 間 反応でせる。 反応後 浩健を留去し、 残 留物を 水洗袋 ベンセン 3月 再結晶すれば、

して、アセトンより再結晶すれた, m.p. 238~240℃, 黄色柱状晶の目的物 0.8g. か得られる

同様には次の化合物を得られる。

R	, R,	′ R.	R ₄	R,	m.p. (*c)	17 B T	
Н	Н	Н	CH ₃	сн	158~160	意色针状	.
Н	H	: H=	н.	CHS	159~ 160	意之(红水)	-
H	:HE	ìн.	ξН:-	(31/2/14)	+: 154~156	意色豺牧	
					184~186	杰色釘状	
Н	Ή,	NOS-	Ĥ.,	GHs.	- 208~210:	#3 S+#	
Η	H	NO.	н	Cally (n)	162~164	更色創机	
П	. Н -	NO.	Н	CH ₃	212~214	\$20 m	.5
Н	н.	, NO2	H		ໝາລຍ	苦多(10)。	٠,٠٠٠
och,	ωij	Н.,	Щ	сн ₃	- 143~145	急创机	ه . په د . د

符許 去類人 古名重 3 賀 特開 昭48— \$1061 (6) m.p. 163~164°C (分解), 没面色针状晶の目的 初の9g か-得られる。

同様には次の化合物が得られる。

R. C. UHNH-R3

				<u>. </u>	
R,	Rí	R.	R3	m.p. (*c)	经最新
H	Н	NOT	-cololar	120~121	淡黄色针妆
H	Н	NG	- co - 🗘	(多聲) (多聲)	没黄色針枚。
Н	H	NOF	-w-Q-a	200~202	没重色钉状
H	н	NO2	-0-1-01	238~240	浅重色针似:
H	н	N02	-co-to-hoz	248~250 (全解)	淡黄色甘欢

実施例 8. アセトン 3.4-ジフェニル・5-ニトロー 2-フロイルヒトラグン の製法。

3.4-571=ルーS-=HD-2-7円が酸とドラ ジッド 1.0g (0.003を) もアセトン15点と気に 15分同選流し、放冷後打虫は結晶を決取

手装装正备 (自先)

昭和47年12月15日

特許庁長官 井 土 武 头 田

L事件の表示

昭和 4 7 年券許蔵第 2 4 8 6 6 号

2.是男の名称

※ 新娘リフェニルフラン諸導体の製造法

3. 特正をする者 ・ 保許出職人・

住所 名古皇市昭和区島田一つ山1-58 氏名 音 名 重 多 東州

一種圧の対象

明 (本)

L 特正の庁事

タイプ印書による金文訂正明編書を別級のとか り提出する。 朔 叔

j

 1.発明の名称 新規グフェニルフラン設革体の製造法 2.特許請求の範囲

1 一 放 式

「女中、B: およびB! は同一または異なり水 素原子。低級アルキル茜または低級アルコキ 少茹を、B: は水素原子またはエトロ茄を、 Xはヘロゲン原子または低級アルコキシ基を 意味する。」

で扱わされるグフェニルフランカルポン散酵等 体に、一般式

Ba - NHi

〔式中、B: , B: ', B: かよびB: は前掲と同じものを意味する。〕

で表わされるジフェニルフラン静退体の製造法。 3 一 蛟 式

【丈中、B:およびB:/は同一または呉なり水 素原子。低級アルキル当または低級アルコキ 少益を、B:は水素原子またはエトロ当を、 Xはヘロゲン原子または低級アルコキシ当を 意味する。】

で表わされるジフエニルフランカルボン歌師等 体に、ヒドラジンを反応させ、一般文

科開 昭48—91061 (7) 〔式中、Biは水珠原子。アルキル芝。シクロ アルキル芝。アリール茶。芳香原具項園茶。

アシルアミノ茲。アリールスルホニルアミノ 茲、アリールアミノ茲、アミノ茲、

式 -NHO-NH-B (Yはイオウまたは酸素原

子,Bは水素原子,アルキル基またはアリー ル基を意味する。)で扱わされる基,または

大 -N=O<B4 (B4 ,B1 は同一または

具なり、フリール基、アルキル基または水衆 原子を意味する。ただし、B₄ , B₄ は共に 水素原子ではない。)で表わされる基を意味 する。〕

で表わされるアミン関導体を反応せしめるとと を得象とする一般式

〔 式中、B₁ , B₁ , B₃ は前掲と同じものを 意味する。〕

で表わされるヒドラジン爵導体となし、これに 一般式

B3' -X'

〔式中、B₁ はアシル基をたはアリールスルホール基を、X はヘロゲン原子を意味する。〕....で表わされるヘロゲン化物を反応させるととを特象とする一般式。

〔式中、B₁ , B₁′, B₂ かよびB₃′は前揚と 同じものを意味する。〕

a glidation of

で表わされるジアエニルフラン酵薬体の製造法。

over

410

έĘ

一多一次以

大 大 大

) . I=

驭

/5 B

Ł 🗫

R₁ O-X

「式中、B1 かよびB1 は同一または具なり、 水素原子。低級アルキル基。低級アルコキシ 基を、B2 は水素原子またはニトロ毒を、X はヘログン原子または低級アルコキシ毒を意 味する。〕

で表わされるジフェニルフランコルポン酸酵薬 体化ヒドラジンを反応させて、一般式

〔式中、B: Bi'かよびB;は前掲と同じものを意味する。〕
で扱わされるヒドラジン誘導体とまし、これに

一般式

$$0 = 0 < \frac{R}{R}$$

〔式中、B:およびB:は阿一または異なり、水素原子。低級アルキル店。またはフリル基を意味する。ただし、B: B:は共化水素原子でない。〕

で表わされるアルデヒドまたはクトン関導体を 反応させることを特徴とする一般式

$$B_1 \longrightarrow B_1'$$

$$P-NEN = \infty_{B_1}^{B_1}$$

〔式中、B1 , B1', B1 , B4 およびB1 は 前場と同じものを意味する。〕 で表わされる少フェニルフラン酵導体の製造法。

3.発明の詳細を説明 本発明は、一般式

$$\mathbf{R}_{1} \longrightarrow \mathbf{R}_{1}'$$

$$\mathbf{R}_{2} \longrightarrow \mathbf{R}_{2}'$$

「大中、B」 かよびB」 は同一さたは異なり、水 常原子。伝統アルヤル基。伝統アルコキシ基を、 B」は水素原子さたはエトロ基を、又はヘロゲ ン原子さたは低級アルコキシ基を常味する。〕 で表わされるウフエニルフランカルボン歌節等体 に一般式

【 式中、 B : は水煮菓子, アルキル酱, シチェアルキル基, アリール基, 芳香菓具項製造, アシルアミノ差, アリールスルホニルアミノ差, アリールアミノ差, アミノ差, 式 →HIO→NH→B

AND AND SON OF A STORES

(Yはイオウをたは政治原子、Bは水法原子、アルキル基をたはアリール基を意味する。)で表わされる基、をたは大 一N=O(Bi (Bi) Bi は同一をたは異なり、フリール基・アルキル基をは水素原子を意味する。ただし、Bi Bi は共に水素原子ではをい。)で表わされる基を意味する。]
で表わされるアミン関準体を反応せしめることを

「大中、3」、31′、3」かよび3」は首掲に同じものを定除する。〕
で扱わされるジフェニルフラン財導体を得、一女
大〔8〕にかける3」がアミノ楽である一枚大

R₁ C-NH-NH₃

〔犬中、B: ,B:' および及: は前掲と同じものを意味する。〕
で表わされるヒドラジン酵薬体である場合には、

CND

とれと一般式_. B./ - X /

- X

く捨

: **÷**

H

l法。

[子]

) て

B.,

られる

: Ł £

ド月

〔式中、B₁ はアシル蓋またはアリールスルホニル蓋を、またX はヘログン原子を意味する。〕で表わされるヘログン化物を反応させるか、あるいは、一般丈

$$0 = 0 < \frac{R}{R_i}$$
 (Y)

〔式中、BaかよびBaは同一または異なり、水 素原子。アルヤル基またはフリル基を意味する。

LE IT

導体の製造法に関するものである。

さらに幹額には、一般式(I)で表わされるツァ エニルフランカルボン教育等体に適当な溶集中で、 一般式(II)で表わされるアミン情等体を反応させればよく、容易に目的とする一般式(II)で表わされる新規ジフエニルフラン情等体を製造するとと が出来る。

本反応に用いられる溶媒は原料物質(!)かよび
(!)の住状に応じて選択されるべきであるが、メ
メノール。エタノールの知きアルコール類、ツオ
キサン。ジエテルエーテルの知きエーテル類、ペ
ンゼン。トルエンの知き芳香族炭化水素、クロロー
ホルム。ジクロロメタンの知きヘロゲノアルカン
額、またはジメテルホルムアミド。ジメテルスル
ホキサイド、ビリジン等が好ましい。

また、一般文CIDKかいてXボベロダン原子である場合には、反応の結果生成するベロダン化水 業を反応系外に除く目的で塩基、例えばビリジン を等モル量用いるか、あるいは原料物質たる一般 特部 昭48—51061 (9)

ただし、B: AB: は共に水森原子でない。) で表わされるアルデヒドまたはクトン財場体を反 応させ、一致式

(式中、B₁ , B₁′, B₃ > Lび B₃′は 関係と同じものを登除する。)または、一数式

$$\begin{array}{c|c} B_1 & & \\ \hline & & \\ & &$$

「式中、B」、Bi、Bi、B、B、AとびBには前 場と同じものを意味する。〕 で扱わされる化合物を得ることを内容とする一般 式[1]、若しくは一数式[1]、または一数式 [1]。で扱わされる新娘グフェニルカルポン酸餅

剖

式(I)で表わされるアミン関導体2倍モル量使用 するのが一般的である。

本反応は富ૈ集でも容易に進行するが、反応時間 を短載したり、反応を完結せしめるため用いた溶 誰の誇点まで温度を上げて実施することも出来る。

かくして得られる一般式(II)で表わされるツァ エエルフラン関導体のBIがアミノ当である、一 般式(II)で表わされるヒドラジン関導体の場合に は、これと一般式(M)で表わされるヘロゲン化物 を、ペンゼン。トルエンの加き芳香族炭化水素、 ジエテルエーテル。ジオキサン。テトラヒドロフ ランの如きエーテル観、クロロホルム、ジタロル メタンの知きヘロゲノアルカン観、ピリジン。ジメテルホルムアミド、ジメテルスルホキサイド等 の非プロトン性の無水溶炭中で、ピリジンの知き 風へロゲン化剤の存在下、実性ないしは溶炭の浄 点で反応させれば、一般式(II)。で表わされるジフエエルフラン酵導体を得る。

また、一般式(I)/ で表わされるヒドラツン酸

over

٤

導体をメタノール。エタノール、ペンゼン、トルエン。エーテル、ジオキサン、クロロホルムの加 を通常の溶集中で、一般式 (V)で表わされるアル デヒドまたはケトン酵導体と底温をいしは溶媒の 沸点で反応すれば、一般式 (E)デ で表わされるジ フエニルフラン酵導体を得る。

なか、一般式 (V)で表わされるアルデヒドまた はケトンそれ自身を溶媒として兼用できるのは当 然である。

本発明方法を実施するととにより得られる化合 物は、新規化合物であり、抗菌・抗原虫作用を有 し、医薬あるいは動物薬として有用である。

次に実施例を挙げて、本発明を更に具体的に説 明する。

突 准 例1

3 . 4ージフエニルー 5 ーニトロー 2 ーフラン カルポキシアミドの製法:

3 , 4ージフエニルー5ーニトロー2ーフロイ

~ 1₁ 6 0 ℃、英食色ブリズム基の目的物 0.7 8 g が得られる。

阿様にして次の化合物が得られる。

19 - July 1 - - - 4.

free of the same

田 H NO₂ OH₃ 154~156 景東含東東 田 H NO₂ OH₃ 170~172 景東含アリズム 田 H NO₂ OH₃ 170~172 景東含オリズム 田 H NO₂ OH₃ (4y)150~161 景東含 特別 昭48-91061 (10) ルクロライド 1.0 タ (0.0 0 3 モル) を乾燥エーテル3 0 威化溶解し、氷冷下とれば乾燥アンモュアガスを5 分間導入する。溶媒を貿去し、残留物を冷水で洗浄後エタノールより再結晶すれば、m.p. 2 3 7~2 3 9℃、美食色針状晶の目的物0.6 0 タ が得られる。

阿様にして、無色針状晶の3。4ージフェニル ー2ーフランカルポキシアミド(m.p. 153~ 155℃)が得られる。

哭 难 何 2

3、4ージフエニルー5ーニトローNーローブロビールー2ーフランカルポキシアミドの製法:
3、4ージフエニルー5ーニトロー2ーフロイルクロライド1.0g(0.003モル)の乾燥エーテル溶液30㎡に投掉下、ローブロビールアミン0.35g(0.006モル)を腐加する。 重重にて4時間提拌下に反応後、析出する結晶を严取し、水洗後メタノールより再結晶すれば、m.p. 158

突 施 何3

3 . 4ージフエニルー 5 ーニトローNー (4 ー メチルーフエニル) ー 2 ーフランカルポキシア ミドの製法:

3 、4ージフェニルー5ーニトロー2ーフロイルクロライド109(0.003モル)の炭炭エーテル溶液30㎡に没持下、4ーメテルアニリン0.459(0.003モル)のエーテル溶液とピリジン数調を加え、重温にて5時間反応させる。反応接折出した結晶を严取、水洗後エタノールとジェキャンの混合溶炭から再結晶すれば、ロック・スキャンの混合溶炭から再結晶である。といっ食色が大量の目的物0.899ーである。

特開 昭48-51061(11)

R ₁	R,'	R,	B ₁	m.p.(°C)	数点が
н	н	NO ₂	-🛇	218~219	黄色針状
Н	н	NO ₂		1 8 1~1 8 3 (分解)	货色針状
H	H	NO ₂	- O -oı	248~250	黄色鲜状
н	Ħ	NO ₁	{О ооон	265~247	黄色鲜状
H	H	NO ₂	{О-оон;	246~248	黄色プリズム
H	н.	NO ₃	-O1	182~184	黄色アリメル
Н	H	NO ₂		218~219	综色針状
H	н	NO ₁	\$	205~207	黄色針状
H	н	NO ₁	- ⊘₁	217~219	. 杂色針状
H	н	NO ₂	T)	2 2 3~2 2 4	黄色針状
H	H	NO ₂	-CC	240~242	黄色針状
н	H	NO ₂	¬Q	210~222	贫色針状
Ħ	H	н	-∽, on¹	209~211	無色針状
н	Ħ	н	-⊊ ₀	160	無色針状

1-(3,4-ジフェニルー5-ニトロー2-フロイル)-2-フロイルヒドラジンの製法:
3,4-ジフェニルー5-ニトロー2-フロイルタロライド10g(0.003モル)の乾燥エーテル溶液30 Mに冷却攪拌下、フロイン酸ヒドラジンド0.38g(0.003モル)のビリジン溶液5 Mを滴下し、宣温で8時間攪拌し反応させる。析出結晶を严取し、水洗後メタノールより再結晶すれば、m.p. 178~180℃、黄色柱状晶の目的物0.9gが得られる。

同様にして次の化合物が得られる。

ذ

(4-

トシア

フロイ

集エー

リン とピリ

80 - 22

m.p. 8.9 #

3	ı Rı'	R,	R ₃	=. p. (℃)	***
н	н	н	NH00	185~186	無色プリメム
н	H	H	NHOO-CO-CH ₃	108~109	無色對象
н	н	NO ₂	NHCOOH ₃	204~205	英贵色射状
н_	н	NO ₂	NHOO-O-OH,	163~164 (分解)	英贵色新状
н	H	NO ₂	NEXXX—D—Br	120~121	英贯色射状
н	н	NO ₂	M-000FQ4	163~168 (金幣)	英党合会计
н	H	NO,	NH00	200~202	表完色針状
н	н	NO ₂	NHDO-	238~240	英文色針状
н	н	NO ₂	NECO TO WO.	248~250 (96)	英食色針状

实 单 例 5

3 . 4 - ジフエニルー2 - フロイン酸ヒドラジッドの製法:

3,4ージフエニルー2ーフロイン酸メチルエステル15月(0.05モル)と80月ヒドラジンヒドラート20㎡とをエタノール200㎡に加え、1時間浸漉させ、反応後折出する結晶を严取し、エタノールより再結晶すれば、m.p. 190~191℃、無色ブリズムの目的物11.8月が得られる。同様にして次の化合物が得られる。

over

H NHOSNH- 219(分解) 综合的状 H NHOSNH- 21205(分解) 综合的状

突 耸 穷 6

H

1 ~ (3,4ージフェニルー2ーフロイル)ー 2ーフロイルヒドラジンの製法:

3 , 4ージフエニルー2ーフロイン酸ヒドラジ

夹 施 供 7.

1-(3,4-ツフエニルー5-ニトロー2-フロイル)-2-(5-メテルー2-フロイル) ビドラツンの製法:

3,4ージフエエルー5ーニトロー2ーフロイン酸とドラジッド27月(0.01モル)と5ーメテルー2ーフロイン酸タロライド14月(0.01モル)を乾燥エーテル20世代加え、これに乾燥ビリジン0.8月を満下して直温にて4時間反応させる。反応装溶薬を實去し、残害物を水洗後、ペンセンより再始品すれば、m.p. 163~164で(分類)、淡黄色針状品の目的物の9月水得られる。

門様にして次の化合物が得られる。

将開 昭48—91061(12) ッドネファ(0.01モル)と2ーフロイン酸タロ ライド13タ(0.01モル)を乾燥ペンセン10 虹中に加え、これにピリジン0.8月を満下し、30 分開最速させる。反応接溶膜を留去し、残留物を 水洗後エタノールより再結晶すれば、m.p. 185 ~186℃、紙色ブリズムの目的物3.0月が得ら れる。

阿様にして次の化合物が得られる。

R	11'	R,	B ₃ ′	m.p.(°C)	無品が
н	H	Ħ.	-co-Co-cai,	108~109	無色針枚
H	Ħ		-000H ₃	204~205	英党会营收
H	Ħ	NO ₁	-w-C)	178~180	黄色症状
H	Ħ.	н	-801-O-GE1	175~176	無色プラズム

B ₁ B ₁ ' B ₂	m.p.(C)	***
н н ю₁ -∞ Вг	120~121	英宗会务状
н н мо₁ -∞-О₁	163~165	英典色的铁
н н мо;	200~202	美术合作状
н н н но то	- 118~240 ··	英党合教教
E H NO, -00-10-100,	248~250	#Re##
la kom o paiso	(分解)	

夹 放 倒乱

アセトン 3 . 4 - 2フェニルー 5 - ニトロー 2 - フロイルヒドラソンの製法:

3 · 4 - ジフェエル - 5 - エトロー 2 - フロイン酸ヒドラジッド L 0 f (0.003 セル)をアセトン 1 5 ぱと共に 1 5 分間遺産し、放冷値折出した結晶を严取して、アセトンより再結晶すれば、

1 (12) **驶**クロ

× 1 0

L,30

医额毛

. 185

水积与

- A

合件状

:黄色分状

:色在状

色プリメム

輸及事

美索色的状

美黄色的铁

長党合教教

支食合針袋

专用会的状

.

・フロイ

.,.

:析出し

れば、

特開 昭48-91061(13)

m.p. 238~240℃、食色柱状品の目的物 0.8 タが得られる。

>

同様にして次の化合物が得られる。

R į	B ₁ '	B ₂	R4	R s	m.p.(°C)	抽品形
H	H	н	OH,	CH ₃	156~160	無色新状
н	H	н	H	O ₂ H ₅	159~150	無色針状
H	H	H	н	O ₂ H ₇ (a)	184~186	杂色針纹
н	H	H	H	CH ₃	184~186	無色針状
H	H	NO ₂	H	O ₂ H ₅	208~210	黄色針状
H	H	NO ₂	H	(a) _t H _c O	162~164	灵色針状
н	H	ю,	H	CH;	212~214	大台灣基
H	H	NO ₂	H	₽	250~252	RAME
P- 00H ₃	P- OOH,	H	OH;	OH,	143~145	無色針状

特許出版人 · 古 名 · 重 多 質 THIS PAGE BLANK (USPTO)

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

M BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☑ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
SKEWED/SLANTED IMAGES
COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
☐ OTHER:

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

